

①9 BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENTAMT

⑫ **Offenlegungsschrift**  
⑩ **DE 196 12 037 A 1**

⑤① Int. Cl.<sup>8</sup>:  
**B 01 D 11/02**

②① Aktenzeichen: 196 12 037.3  
②② Anmeldetag: 27. 3. 96  
②③ Offenlegungstag: 2. 10. 97

DE 196 12 037 A 1

⑦① Anmelder:  
Redeker, Jörg, 87141 Neuhausen, DE

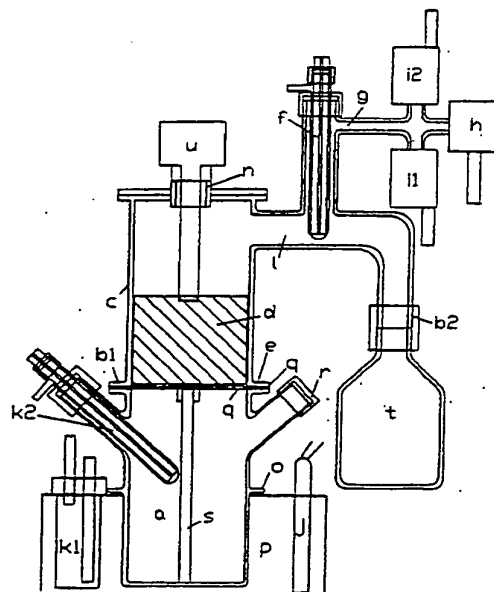
⑦② Erfinder:  
gleich Anmelder

⑤④ **Universal-Wirbelschicht-Feststoffextraktor**

⑤⑦ Der Erfindungsgegenstand ist eine in Struktur und Anwendung universelle Vorrichtung zum effektiven Extrahieren von extrahierbarem Material aus Feststoffen enthaltend im wesentlichen ein Siedegefäß (a) und ein daran über eine Kupplung (b) befestigtes Extraktionsrohr (c), wobei der Siederaum in (a) und der Extraktionsraum in (c) durch ein Filterelement (e) voneinander getrennt sind, eine Vorrichtung zum periodischen Kühlen und/oder Heizen des Siedegefäßes, sowie einen Kondensator (f) zum Kondensieren von Lösungsmitteldampf zu Flüssigkeit, dadurch gekennzeichnet, daß im oberen Bereich des den Kondensator (f) umgebenden Raumes ein Vakuumanschluß (g) mit Evakuierungsventil (h), Begasungsventil (i1) und/oder ein Druckausgleichsventil (i2) befinden.

Der Erfindungsgegenstand ermöglicht die Extraktion temperaturempfindlichen Materials bei tiefen Temperaturen, als auch die Verwendung hochsiedender Lösungsmittel bei unter 100 Grad Celsius. Die Extraktionen und/oder die Filtrationen können auch unter Verwendung von Druckgas von über 1 bar durchgeführt werden.

Bei Verwendung von Inertgas als Arbeitsmedium kann oxydationsempfindliches Material ohne Oxydationsrisiko extrahiert werden. Der Erfindungsgegenstand läßt sich in hoher Installationsdichte betreiben und ermöglicht dadurch eine Rationalisierung der Laborarbeit.



DE 196 12 037 A 1

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

BUNDESDRUCKEREI 08. 97 702 040/185

9/22

kann unter Normaldruck betrieben werden. Die Periodizität der beschriebenen Prozesse wird durch Kühlung und Heizung des Blockes erreicht.

Am Seitenrohr (g) können auch Gasventile und Vakuumpumpe angeschlossen werden und das Gerät unter Vakuum und/oder Druck betrieben werden.

#### Beispiel 4 (Fig. 4)

In Beispiel 4 sind die Verbindungselemente der Glasgerätekomponten in Form von Normschliffverbindungen gestaltet. Arbeitsgas ist atmosphärische Luft. An den Seitenhals (g) können auch hier gesteuerte Gasventile installiert werden und die Apparatur unter Vakuum betrieben werden. Ein überdruckbetrieb scheitert an den Schliffkupplungen, welche nicht für Überdruck konzipiert sind.

#### Patentansprüche

1. Universelle Vorrichtung zum effektiven Extrahieren von extrahierbarem Material aus Feststoffen enthaltend im wesentlichen ein Siedegefäß (a) und ein daran über eine Kupplung (b) befestigtes Extraktionsrohr (c), wobei der Siederaum in (a) und der Extraktionsraum (d) in (c) durch ein Filterelement (e) voneinander getrennt sind, eine Vorrichtung zum periodischen Kühlen und/oder Heizen des Siedegefäßes, sowie einen Kondensator (f) zum Kondensieren von Lösungsmitteldampf zur Flüssigkeit, dadurch gekennzeichnet, daß sich im oberen Bereich des den Kondensator (f) umgebenden Raumes ein Vakuumanschluß (g) befindet.
2. Vorrichtung gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Vakuumanschluß (g) mit einem Evakuierungsventil (h) versehen ist und die Vorrichtung zusätzlich oberhalb des Extraktionsraumes (d) ein Begasungsventil (i1) und/oder ein Druckausgleichsventil (i2) enthält, wodurch die Vorrichtung evakuiert, begast und/oder entspannt werden kann.
3. Vorrichtung gemäß Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß sie zusätzlich eine Steuervorrichtung enthält, mit deren Hilfe man das Evakuierungsventil (h), das Begasungsventil (i1) und/oder das Druckausgleichsventil (i2) — erforderlichenfalls periodisch — schließen und öffnen kann.
4. Vorrichtung gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß sie zusätzlich eine Steuervorrichtung enthält, mit deren Hilfe man die Heizung (j) und ggf. die Kühlung (k) des Siedegefäßes periodisch steuern kann.
5. Vorrichtung gemäß Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß sie zusätzlich sowohl eine Steuervorrichtung zum Öffnen und Schließen des Evakuierungsventils (h), des Begasungsventils (i1) und/oder des Druckausgleichsventils (i2) als auch eine Steuervorrichtung zur Steuerung der Heizung (j) und ggf. der Kühlung (k) des Siedegefäßes enthält, die unabhängig voneinander oder aber gekoppelt gesteuert werden können.
6. Vorrichtung gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß sie als Kondensator (f) einen breiten modularen Stabwärmetauscher (f) enthält, welcher in den oberen Teil des Extraktionsrohres (c) hineinragt und mit Zentralrohr (f1) oder ohne Zentralrohr (f2) betrieben werden kann und daher wahlweise mit Kühlwasser, Kühlsole, Kohlensäuretreckeneis

oder flüssigem Stickstoff als Kühlmittel gespeist werden kann.

7. Vorrichtung gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß sich am oberen Teil des Extraktionsrohres ein gerades oder ein abgewinkeltes Seitenrohr (l) befindet, in das ein Stabwärmetauscher als Kondensator (f) hineinragt und ggf. der Vakuumanschluß (g) mit Evakuierungsventil (h), das Begasungsventil (i1) und/oder das Druckausgleichsventil (i2) einmünden.

8. Vorrichtung gemäß Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß das Extraktionsrohr am oberen Ende eine Öffnung (n) enthält, durch die ein mechanischer Homogenisator (z. B. ein Ultraturax), eine Ultraschallsonotrode (u), oder ein zusätzlicher Stabwärmetauscher (f) dichtend eingeführt werden können.

9. Vorrichtung gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Siedegefäß (a) über eine äußere (k1) oder innere (k2) Kühlvorrichtung verfügt.

10. Vorrichtung gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Extraktionsrohr mit thermoisolierendem Material (m) umhüllt ist.

Hierzu 4 Seite(n) Zeichnungen

Figur 1

